

Institut für Radiochemie
KERNFORSCHUNGSANLAGE JÜLICH
des Landes Nordrhein-Westfalen

SPEZIFISCHE TRITIUM-MARKIERUNG
ÜBER EINEN HETEROGENEN
AUSTAUSCH AUF GASCHROMATO-
GRAPHISCHEN SÄULEN

von

Dr. G. Stöcklin, Dr. F. Schmidt - Bleek
und Prof. Dr. W. Herr

Jül - 45 - RC

März 1962



Berichte der Kernforschungsanlage Jülich – Nr. 45

Institut für Radiochemie Jül – 45 – RC

Dok.: TRITIUM-INCORPORATION * DK 546.11.02.3 : 543.544

Zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK der Kernforschungsanlage Jülich,
Jülich, Bundesrepublik Deutschland

ANGEWANDTE CHEMIE

HERAUSGEGEBEN VON DER
GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER

73. Jahrgang / Nr. 6, 1961 / Seite 220

FORTSETZUNG DER ZEITSCHRIFT „DIE CHEMIE“
VERLAG CHEMIE · GMBH · WEINHEIM/BERGSTRASSE

SONDERDRUCK

Spezifische Tritium-Markierung über einen heterogenen Austausch auf gaschromatographischen Säulen

Von Dr. G. STÖCKLIN, Dr. F. SCHMIDT-BLEEK
und Prof. Dr. W. HERR

Kernforschungsanlage Jülich und Institut für Kernchemie
der Universität Köln

Über die Austauschreaktion $RX + MeT \rightarrow RT + MeX$ ($X = \text{Halogen}$, $Me = \text{Metall}$) läßt sich Tritium in vielen Fällen in definierter Stellung in organische Verbindungen einführen. Verwendet man als Reaktionsgut ein tritiiertes Metall (es eignen sich beispielsweise salzartige Tritide), das in einer Reaktionssäule vor eine gaschromatographische Trennsäule geschaltet ist und injiziert eine flüchtige organische Halogenverbindung in den Trägergasstrom, so wird Halogen gegen Tritium schon zwischen 100 und 200 °C ausgetauscht. Mit Hilfe der nachgeschalteten Trennsäule kann dann die mit Tritium markierte Verbindung, die praktisch trägerfrei vorliegt, von der nicht umgesetzten Halogenverbindung getrennt werden. Zu Pentan-1-T gelangt man beispielsweise über n-Amylbromid und zu 2-T-Toluol über Benzylbromid.

Als Austauscher eignet sich u. a. Calciumtritid. Die Darstellung gelingt recht einfach, indem man Adsorbermaterial (Sterchamol, Kieselgel) mit normalem CaH_2 mischt und das Hydrid thermisch unter Abpumpen im Hochvakuum zersetzt. Hierbei schlägt sich Calcium in dünner Schicht auf dem Adsorbermaterial nieder und dieses ist dann in der Lage, angebotenes Tritium-Gas aufzunehmen und CaT_2 zurückzubilden. Je nach der 3H -Aktivität kann das Austauschermaterial für eine größere Anzahl von Markierungen verwendet werden.

Die Anzahl der markierten Moleküle läßt sich durch geeignete Dosierung des CaT_2 sowie durch die Temperatur und die Strömungsgeschwindigkeit des Trägergases (Kontaktzeit) in weiten Grenzen regeln.

Wird eine größere Quantität der betreffenden Verbindung benötigt, so kann der Träger entweder von vornherein injiziert, oder auch später zugesetzt werden. Es empfiehlt sich jedoch meist, die tritierte Verbindung nochmals gaschromatographisch zu reinigen, da diese auf Grund des (relativ geringen) Dissoziationsdruckes des CaT_2 noch Tritium-Gas enthält. Aus dem Eluiergas kann Tritium mit aktiviertem Uran leicht entfernt werden.

Das Verfahren ist besonders für eine spezifische 3H -Markierung flüchtiger aliphatischer und aromatischer Kohlenwasserstoffe geeignet und besitzt den Vorteil, daß bei geringem Zeit- und Materialaufwand Mikrosubstanzmengen von hoher spezifischer 3H -Aktivität erhalten werden können.

Eingegangen am 14. Februar 1961 [Z. 501]